高速液体クロマトグラフィー用充てんカラム

TSKgel ODS−80Ts QA

取扱説明書

東ソー株式会社

ご使用の前に

¡本製品を使用する前に，必ずこの取扱説明書をよく読んで理解してください．
¡この取扱説明書は，手近な所に大切に保管し，必要なときにいつでも取り出せるようにしてください．
¡製品本来の使用方法および取扱説明書で指定した使用方法を守ってください．
¡本書の安全に関する指示に対しては，指示内容を理解の上，必ず従ってください．
以上の指示を必ず厳守してください．
指示に従わないと，けがや事故の恐れがあります．

【取扱説明書について】

¡取扱説明書の内容は，製品の性能・機能の向上により将来予告なしに変更することがあります．
¡取扱説明書の全部または一部を無断で転載，複製することは禁止しています．
¡取扱説明書を紛失したときは，弊社営業担当者までお問い合わせください．
¡取扱説明書の内容に関しては万全を期していますが，万一不審な点や誤り，記載漏れに気づいたときは，お手数ですが巻末の連絡先までご連絡ください．

安全上のご注意

- ご使用の前に，この「安全上のご注意」をよくお読みのうえ，正しくお使いください．
- この項目は，いずれも安全に関する内容ですので，必ず守ってください．
- 「警告」「注意」の意味は次のようになっています．

⚠ 警告	取扱いを誤った場合，使用者が死亡または重傷を負う可能性が想定されるもの．
⚠ 注意	取扱いを誤った場合，使用者が傷害を負う可能性が想定されるものまたは物的損害の発生が想定されるもの．

ご使用時

⚠ 警告

● 火気厳禁

- 引火性のある溶媒を使用する場合，火気の使用は厳禁です．火災，爆発の原因になります．

⚠ 注意

● 換気に注意を

- 引火性，毒性のある溶媒を使用する場合，十分換気をしないと火災，爆発，中毒の原因になります．

● 液漏れに注意を

- 溶媒等の液漏れは，感電，中毒，薬傷，火災，腐食などの原因になります．液漏れの場合は，適切な保護具を付けた上で，液を取り除いてください．

⚠ 注意

●保護具の着用を

- 有機溶媒や酸などの溶離液を取扱う場合は，保護メガネ，手袋などの保護具をご使用ください．薬傷を負う恐れがあります．

●取扱いに注意を

- 取扱いが不適切であると，カラムの性能を損なうことがあります．取扱いには十分注意してください．

●適切な使用方法を

- 本カラムは分離，精製等に用いるもので，それ以外の目的には使用しないでください．

●圧力に注意を

- 急激な圧力上昇は，カラムの性能を損なう原因になります．又，カラム材質により破裂，飛散等の可能性があります．規定以上の圧力にならぬように注意してください．適切な保護具を付けた上で，十分注意して作業をおこなってください．

●分離精製物の取扱いに注意を

- 得られた分離精製物または精製溶液を製品および中間体として使用する場合は，十分にその安全性の確認をおこなってご使用ください．

●処分には適切な処理を

- 廃棄する場合は，産業廃棄物として適切な処理をおこなってください．

【その他の注意】

- 製品本体に警告表示ラベルが貼付されている製品は，表示内容を確認し，安全にご利用ください．
- 警告表示ラベルが，汚損または剥離し表示内容がわからなくなった場合には，当社窓口担当者までお申し付けください．貼り替え用ラベルをお送りいたします．
- 本書は大切に保存してください．また，ご利用者が代わる場合には次のご利用者にお渡しください．

取扱い上のご注意（出荷溶媒に関する注意）

応急措置	眼に入った場合	¡ 流水で15分以上洗眼する．その際は瞼を開き水が全面にゆきわたるようにおこなう． ¡ 医師の手当を受ける．
	皮膚に付着した場合	¡ 水等で洗い流し医師の手当を受ける．
	吸入した場合	¡ 空気の新鮮な場所に移動しうがいをおこない，医師の手当を受ける．
	飲み込んだ場合	¡ 口腔を水洗し，医師の手当を受ける．
取扱いおよび保管上の注意	火気等の注意	¡ 火気の使用を禁じ火花の発生を防止するための防爆工具の使用および接地等をおこなう．
	換気	¡ 発散源を密閉する設備または局所排気設備で換気する．
	身入り容器の取扱い	¡ 容器は破損につながる粗暴な取扱いをしない．
	身体の洗浄	¡ 取扱い後は顔，手，口等を水洗する．
	取扱い時の保護具	¡ 取扱いの際は耐油性ゴム手袋，保護メガネおよび有機ガス用，保護マスク，保護衣，長靴を着用する．
	危険有害物等の保管	¡ 火気，加熱等に注意して保管する． ¡漏れ，こぼれ等に注意して保管する．
	空容器の保管	¡ 空容器は残存物の発散を防ぎ屋外の一定の場所に置く．
廃棄上の注意	処分方法	¡ 廃棄する場合は焼却設備等で少量ずつ焼却処分をおこなう．
	一般的な留意事項等	¡ 処分作業は可燃物の取扱いおよび保管上の注意事項に留意しておこなう．
	空容器の処分	¡ 空容器を処分する場合は，水，蒸気等で十分に洗浄して残留物がないことを確かめた後におこなう．

□出荷溶媒；70%メタノール水溶液

取扱い上のご注意（充てん剤に関する注意）

応急措置	眼に入った場合	¡ 流水で15分以上洗眼する．その際は瞼を開き水が全面にゆきわたるようにおこなう． ¡ 医師の手当を受ける．
	皮膚に付着した場合	¡水等で洗い流す．
	吸入した場合	¡ 空気の新鮮な場所に移動しうがいをおこなう．
	飲み込んだ場合	¡ 口腔を水洗し，医師の手当を受ける．
取扱いおよび保管上の注意	換気	¡ 換気設備などで換気する．
	取扱い時の保護具	¡ 取扱いの際は保護メガネ及び防じんマスクを着用する．
廃棄上の注意	処分方法	¡ 廃棄は焼却処分による．
	一般的な留意事項等	¡ 処分作業は取扱いおよび保管上の注意事項に留意しておこなう．

充てん剤；化学修飾シリカゲル

目　次

1．はじめに…… 1
2．ご使用の前に…… 1
3．カラム各部の名称…… 2
4．装置へのセットと注意…… 2
5．カラムの保存方法…… 6
6．溶媒の選択…… 6
7．使用流速…… 8
8．使用温度…… 9
9．試料溶液の調製……10
10．理論段数，シンメトリー係数の測定……10
11．ガードカラム……11
12．トラブル発生時の処置法……13
13．品質規格および保証……14
14．おわりに……16

2004年 8 月改訂

1．はじめに

TSKgel ODS-80Ts QAは，東ソーが長年にわたり培ってきた充てん剤合成技術を基にして，ベースシリカゲルの製造から表面化学修飾まで一貫した製造体制で製造した高性能逆相充てんカラムです．各製造工程で厳しい品質検査を実施し，従来にない狭い規格範囲を実現しました．

この高性能カラムの性能を十分に発揮させ，効果的にご使用いただくために，ご使用の前にこの取扱説明書を必ずお読みのうえ，正しくご使用くださいますようお願いいたします．

2．ご使用の前に

まず，梱包状態およびカラムの外観に異常はないか確かめてください．

図1　梱 包 外 観 図

つぎに，カラムと別に次の品物が入っていますので，ご確認ください．

・取扱説明書…… 1 通
・検査票（INSPECTION DATA）…… 1 通
・充てん剤検査票（CERTIFICATE OF ANALYSIS）…… 1 通

3．カラム各部の名称

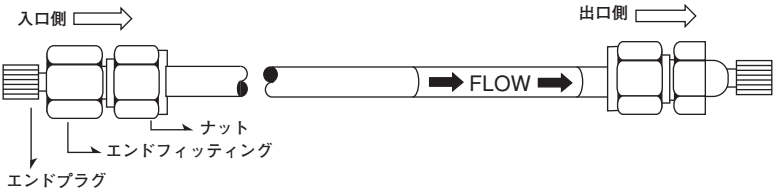

図2　カラムの見取図

4．装置へのセットと注意

4-1　カラム部品の接続方式

ステンレスカラムはすべてスウェジロック方式で，インチ規格です．

4-2　カラムの通液方向

図2に示した矢印の方向，すなわちネームプレートのFLOWの矢印のとおりに使用してください．逆方向に長時間液を流すと，カラムの性能が低下します．

4-3　気泡の混入防止

カラムを装置にセットする際，また取りはずす際に，カラム内に空気を入れないよう十分注意を払い，必ず装置の全配管系の気泡を除いた後，カラムを装置にセットしてください．カラム内に気泡を入れますとチャンネリング等により性能が低下します．

4-4　カラムの接続

4-4-1　エンドフィッティングより溶媒がにじみ出てくる場合

カラムは装置の全配管系の気泡を除いたことを確認して接続します．カラムの入口側のエンドプラグをはずしたとき，エンドフィッティングより溶媒がにじみ出てきた場合，先に述べたように気泡をカラムに入れないよう注意しながら装置に接続してください．

4-4-2　エンドフィッティングより溶媒がにじみ出てこない場合

カラム入口側のエンドフィッティングより溶媒がにじみ出てこない場合には，カラム出口側エンドフィッティングと装置を接続し送液ポンプにより溶媒を送り，逆方向への送液によって入口側エンドフィッティング付近の気泡を溶媒で押し出してください．（この際，急激な加圧，あるいは送液は，カラムの性能を低下させますので，溶媒は表１の適正流速の下限の1/2以下の流速で送り込んでください．）

4-4-3　気泡が出ないことを確認したら

カラム入口側エンドフィッティングより気泡が出ないこと，および溶媒がにじみ出ることを確認した後，カラムを正常な通液方向にして，入口側エンドフィッティングと装置を接続してください．

4-4-4　装置への接続と注意点

カラムと装置の接続は，1/16インチリードパイプを用いますが，分析用ではデッドボリュームを少なくするためリードパイプの長さを短かくして，さらに，内径0.4mmϕ以下のものを用いてください．リードパイプは，エンドフィッティングにいっぱいに差し込んでおいた状態でフェラルを固定してください．リードパイプとエンドフィッティングとの間にすき間があると，溶媒の流れが乱れ，分離能が低下します．

１）カラムコネクターのフェラル位置

カラムと装置の接続には，外径1/16インチのリードパイプを用います．フェラルの固定位置は，図３に示すように内径4.6mmカラムは，パイプ先端から４mm，内径２mmカラム（セミミクロカラム）は，パイプ先端から２mmとなっておりますのでご注意ください．先端部が長すぎたり短かすぎたりする場合，バンドの広がりの原因となり，十分な性能を維持することができなくなることがありますので注意が必要です．

２）接続パイプの先端部の加工

リードパイプの先端部端面は，図４のように加工精度を高くする必要があります．先端部が変形していたりつぶれている場合，バンドの広がりの一因となりますので注意が必要です．接続には，端面処理された当社カラムパイプ（接続パイプセット，Lタイプ内径0.1mm×40cm，品番：18186）をご使用いただければ，端面処理の心配はありません．

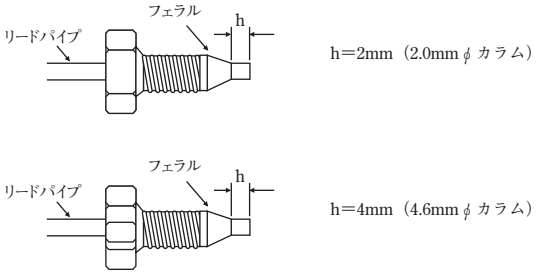

図 3　TSKgel ODS-80Ts QAにおけるコネクターフェラルの位置

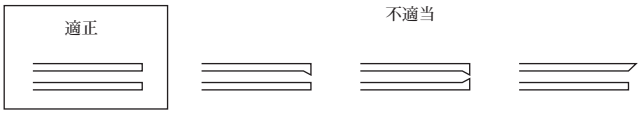

図 4　接続パイプの端面加工

3）接続配管長さ（容量）

インジェクター／カラムおよびカラム／検出器間の配管はできるだけ小さい容量を用います．セミミクロカラムは，いずれも2 μL以下が好ましく，0.1mm内径の配管で長さ20cm以下が適当です．

4）検出器

4.6mm φ カラムは，通常の8～10 μL（ヒートシンク付き）のフローセルが一般的に使用できます．ヒートシンクを取り外したセル，あるいはマイクロセルではカラム性能の向上が認められることがあります．

一方2.0mm φ カラムのフローセル容量は，2 μL以下のフローセルが好ましく，高い性能を発揮できます．通常の8～10 μL（ヒートシンク付き）のフローセルでは，バンドの広がりが大きく性能が低下します．

検出器の時定数はFast（50ms）に設定してください．STD（1.0s）では，40%程度性能が低下します．

4-5　測定開始の注意点

カラムのセット終了後，測定を開始しますが，その際，先にも述べましたように急激な加圧，送液はカラムの性能を低下させますので避けてください．とくに急激な圧力の立上がりを示す送液ポンプは使用しないでください．

4-6　脈流対策

このカラムは，脈流に対して非常に影響を受けやすいので，十分に注意してください．送液ポンプは，脈動のないものを選んでください．もし脈動のあるポンプをご使用の場合は，パルスダンパ（アキュムレータ）をポンプ吐出側に接続して，脈流を消去してください．

4-7　HPLCシステム

グラジエント溶出をおこなう場合，デッドボリュームが小さく，高精度で再現性の高い高圧（吐出）グラジエント方式をおすすめします．

4-8　測定終了後

4-8-1　測定温度が室温より高い場合

測定終了後に，すぐにポンプを止めないで，カラムの温度が室温に下がるまで送液を続けてください．温度が高い状態のままポンプを止めますと，溶媒の収縮によりカラム内に気泡を引き込むことがあります．

4-8-2　測定が終了し，翌日も同一カラム系で測定される場合

全配管系の漏れがなければ，装置内にセットしたままで，翌日使用されてもかまいません．ただし，次の使用が3日以上後になる場合には，以下の操作をおこない，カラムを保存してください．

4-8-3　溶離液として塩水溶液を使用していた場合

全配管系を蒸留水またはイオン交換水で十分洗浄してください．洗浄は，表1の適正流速の下限の1/2以下の流速でおこなってください．また液量は，カラム内容積分と配管系を置換するために必要な溶媒量以上としてください．

4-8-4　溶離液として水溶性有機溶媒と塩水溶液の混合溶媒を使用していた場合

全配管系を測定溶液と同じ比率の水溶性有機溶媒と純水の混合溶液で洗浄してください．洗浄時の液量及び流速は4-8-3項と同じです．

4-8-5　溶離液として有機溶媒または有機溶媒と純水との混合溶媒を使用していた場合

特に洗浄は必要ありません．

4-8-6　長期保存の場合

再使用までの期間が比較的長い場合には，4-8-3～4-8-5項の操作を施したのち，カラムを装置からはずし，両端をカラム納入時と同じようにエンドプラグを使って完全に封をしてください．

5．カラムの保存方法

5-1　保存方法

4-8項の作業をおこなった上で保存してください．

5-2　保存時の温度

カラムは室温にて温度差の小さい場所（恒温室）に保存してください．

カラムは，0 ℃以下の場所では凍結の可能性があり，カラムの劣化の原因となるばかりではなく，カラム破損の原因となりますので，これは絶対に避けてください．

5-3　直射日光

避けてください．

5-4　腐食性ガス

発生しない安全な場所に保存してください．

6．溶媒の選択

6-1　使用溶媒へ置換

カラム添付資料の検査票（INSPECTION DATA）のPACKED SOLVENTに記載されている溶媒で充てんされ，出荷されていますので，使用溶媒に置換して，ご使用ください．溶媒の置換は，表1に示す適正流速の下限の1/2以下の流速でおこなってください．

なお，使用溶媒と出荷溶媒との間に相溶性がない場合には，双方の溶媒に溶解する溶媒組成で一度置換してください．また，大幅な溶媒組成の変化，および頻繁な溶媒交換は，カラムの性能低下を早めますので，ご注意ください．

6-2　水溶液系で使用する場合の使用可能なpH範囲

溶離液として水溶液系で使用する場合，混合する水溶液のpHにご注意ください．

使用pH範囲：pH2.0～7.5

6-3　水溶液系で使用する場合の有機溶媒濃度

緩衝液などの塩溶液と水溶性有機溶媒との混合系では，塩が析出しないことを確認してください．塩が析出するとカラムが急激に劣化する場合があります．

6-4　溶媒選択の目安

分配，吸着型充てん剤は，充てん剤に対する移動相（溶媒）と試料との極性（親和力）の差によって試料を分離します．このため親和力の弱い移動相を用いると，試料は吸着され，測定時間が長くなります．逆に充てん剤より親和力の強い移動相を用いると試料は分離されず溶出されます．したがって，適当な親和力（極性）の溶媒を選択する必要があります．目安として，試料のk'（キャパシティーファクタ）が$0 < k' < 10$の範囲内に入るように移動相を調整してください．

6-5　溶媒選択の注意事項

カラムの性能を十分に発揮させるために，またカラムの劣化を早めないために，以下の注意を必ず守ってください．

6-5-1　検出器との関係

試料と移動相の物性の差により定量をおこなうので，UVの吸収の差，屈折率の差に注意してください．RI検出器を使用する場合は，試料との屈折率の差の大きい溶媒，またUV検出器を使用する場合は，測定波長において吸収の弱い溶媒を選択してください．

6-5-2　溶媒の粘度

粘度の高い溶媒を用いるときは，圧力損失が大きくなり，配管，ポンプ，カラムの劣化原因となりますので，ご注意ください．使用最大圧力を越えない流速で測定してください．

6-5-3　溶媒の沸点

室温（25℃）以上でご使用のときは，溶媒の沸点にご注意ください．

6-5-4　試料の溶解度

試料が完全に溶解する溶媒を選択してください．試料が完全に溶媒に溶解しない場合，カラム内での析出による詰り，充てん剤の劣化の原因となります．

6-5-5　溶媒中の不純物

溶離液に使用した水や試薬中の不純物はゴーストピークの原因となるばかりではなく，カラムを汚染し，劣化を早めます．したがって，水はイオン交換水，HPLC用蒸留水，注射用蒸留水などを，有機溶媒はHPLCグレードを使用し，試薬類はHPLCグレードまたは特級品を使用してください．また，溶離液はフィルター（0.22 μmまたは0.45 μm）でろ過したものを使用してください．調製後３日以上経過した溶離液の使用はさけてください．

6-5-6　ラインフィルター

溶離液に含まれる微粒子や不純物がカラム内への進入を防ぐため，インジェクションバルブと送液ポンプの間にラインフィルター（フィルターアッセンブリ，品番14594と0.45 μmフィルター，品番06280）を取り付けてください．フィルターの交換時期は，使用する溶離液の種類あるいは溶離液の通液量によって異なりますが，流速1.0mL/minで送液した場合に，装置配管系の圧力損失がラインフィルター装着直後よりも，1.5～2.5MPa上昇したときをフィルター交換の目安としてください．また，フィルター交換頻度が非常に多くなった場合は，フィルター交換時にフィルターガードを超音波洗浄してください．詳細についてはフィルターアッセンブリに添付されている取扱説明書を参照してください．

6-6　脱気操作

溶媒の置換時（とくに有機溶媒添加系への置換時）および測定時に溶媒から気泡を発生し，カラム内へ気泡を混入することがあります．この気泡の発生を防ぐために，あらかじめ溶離液は十分に脱気をおこない，測定中は常時，溶離液にヘリウムまたは窒素をバブリングするか，オンラインデガッサー（SD-8022　品番：17465，SD-8023　品番：17466）をご使用ください．

7．使用流速

7-1　流速設定について

使用流速は，分離能，測定時間，カラムの耐久性などを考慮して選択されます．

流速が高いほど測定時間は短くなりますが，カラム耐久性の面からは流速が低い方が好ましく，トップオフ現象（カラム液入口側にすき間の空く現象）を起こしにくい利点があります．

7-2　適正流速

適正流速は，使用する溶媒系により変わりますが良好なカラム効率を得ることのできる流速を表１に示します．内径4.6mmカラムの場合，一般にメタノール／水系では0.5～0.8mL/min，アセトニトリル／水系では0.7～1.0mL/minが適正流速です．

表１に示す最大流速以上および最大圧力以上でのご使用はカラム耐久性を低下させるので避けてください．

表1　使　用　流　速

品番	品　　名	カラムサイズ 内径(mm)×長さ(cm)	適正流速 (mL/min)	最大流速 (mL/min)	最大圧力 (MPa)
18519	TSKgel ODS-80Ts QA	4.6×7.5	0.5～1.0	1.2	10
18520	〃	4.6×15.0	0.5～1.0	1.2	20
18521	〃	4.6×25.0	0.5～1.0	1.2	30
18768	〃	2.0×15.0	0.15～0.18	0.22	20
18769	〃	2.0×25.0	0.15～0.18	0.22	30

7-3　溶媒の粘度

使用溶媒の粘度が低ければ，流速を高めにすることができます．逆に，溶媒の粘度が高ければ，流速を低目に設定してください．

8．使用温度

8-1　使用温度範囲

下記範囲内の温度でご使用ください．

使用温度範囲：10～50℃

8-2　加温状態で測定される場合

溶媒はよく脱気してご使用ください．加温状態での測定が終了したらカラムの保護のため，4-8-1項の注意を必ず守ってください．

加温することにより一般的に試料の溶出は早くなり，また，カラム効率が向上します．

9．試料溶液の調製

9–1　試料調製

溶離液を用いて調製してください．

9–2　試料溶液中に不溶分，ゲル分がある場合

遠心分離やマイクロポアフィルター（0.45 μmなど）によるろ過精製を必ずおこなってください．肉眼では見ることはできなくても，不溶分が存在する可能性があります．

9–3　試料溶液の組成

試料液の塩濃度，pH，有機溶媒の添加量は，溶離液にあわせてください．塩濃度，pHが溶離液と異なる場合，安定した測定結果が得られない場合があります．

また，有機溶媒量は試料が溶解するかぎり低濃度溶液の方が注入量を多くすることができます．

グラジエント溶出をおこなう場合は，初期溶離液に溶解することをおすすめします．塩濃度の高い試料は，脱塩して注入してください．

また，溶離液と混合することによって，不溶性物質を生成するような試料は，注入できませんので注意してください．

10．理論段数，シンメトリー係数の測定

カラムの理論段数，シンメトリー係数および測定条件は，検査票（INSPECTION DATA）記載のとおりです．また，以下に計算式を示します．

10–1　理論段数計算法

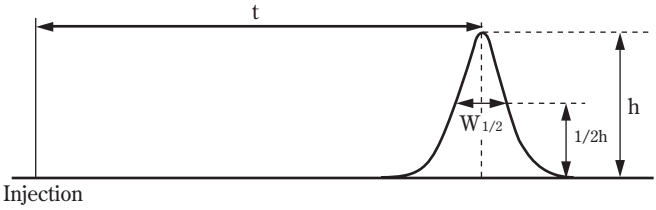

図5　TSKgel ODS–80Ts QA　理論段数計算法

カラムの理論段数は，United States Pharmacopeia（USP）に従った以下の半値幅法により計算をおこなっており，カラム当りの段数で表示してあります．

$N = 5.54\ (t/W_{1/2})^2$

t　：溶出時間　（min）
$W_{1/2}$　：ピーク半値幅　（min）
h　：ピーク高さ
N　：カラム当りの理論段数

10-2　シンメトリー係数計算法

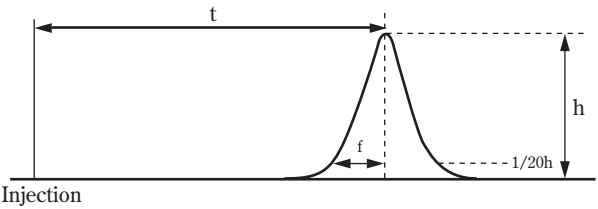

図 6　TSKgel ODS-80Ts QA　シンメトリー係数計算法

カラムのシンメトリー係数は，USPに従った以下の方法により計算をおこなっています．

$S = W_{0.05} / 2f$

$W_{0.05}$　：ピーク高さhの1/20高さのピーク幅
f　：ピーク頂点から下ろした垂線で$W_{0.05}$を 2 分したときのピークの立ち上がり側の距離
S　：シンメトリー係数

なお，カラム検定は（デッドボリュームを小さくした）当社HPLC装置（検査票に検査システムのデッドボリュームを記載）で測定しております．

デッドボリュームの大きい装置を使用した場合，あるいは注入量を多くした場合は，規格値よりも低い理論段数を示すことがありますので，注意してください．

また，カラム接続時には配管先端長さ（ 4 mm）にご注意ください．

11．ガードカラム

11-1　ガードカラムの設置効果

試料中に充てん剤に吸着する物質が存在する場合，それがカラムの入口側に吸着

され，しだいに蓄積し，カラムの段数低下，性能低下の原因となります．このようなとき，分析カラムの入口側にあらかじめガードカラムをセットしておいた場合，ガードカラムを交換することで吸着物質により劣化した性能を元の状態に戻すことが可能となります．より確実にトラブル発生を防ぐためにガードカラムを是非，ご利用ください．

ガードカラムの使用効果としては，

① 脈流，異常流速，圧力の増減による分析カラムのトップオフ防止

② 吸着性物質，不溶性物質のカットによる分析カラムの保護

などがあり，トラブル発生を防止できます．

ただし，ガードカラムは分析用カラムではありませんので，ガードカラムのセットにより分離能が向上することを目的としておりません．あくまでもトラブル防止対策としてご利用ください．

11-2 ガードカラムの種類と選択

ガードカラムとして，カートリッジ方式のTSKguardgel ODS-80Tsの利用をおすすめします．

表2にガードカラムの仕様を示します．

表2 カートリッジ・カラム

品番	品名	カラムサイズ 内径(mm)×長さ(cm)	対象カラム 内径(mm)×長さ(cm)
19011	TSKguardgel ODS-80Ts	3.2×1.5	TSKgel ODS-80Ts QA，ODS-80Ts (4.6×7.5，4.6×15，4.6×25)
19018	カートリッジホルダー(3.2×1.5用)	—	—

11-3 ガードカラムの交換

ガードカラムは，吸着容量に限界があり，寿命があります．本体カラムに汚染がおよぶ前に，早めに交換することが必要です．交換の頻度は，使用目的（分析か分取か），試料の性質（成分の性質，不純物の性質や量など），試料負荷量，溶離液，流速などの種々の要因に依存し，画一的に示すことはできません．

使用中におけるカラム系の圧力上昇は，ガードカラムのエンドフィッティングのつまりや，ゲルの汚染を反映しますので，ある程度の圧力上昇が認められたなら交換するのも一つの方法です．

一般的には，測定データに変化が認められるようになった場合は，ただちに取り替えてください．

12. トラブル発生時の処置法

使用中もし下記のようなトラブルが発生した場合，以下の手順にしたがってチェックをし，適切な処置をおこなってください．処置が適切であれば，元通りに近い性能に回復することもありますが，カラムの寿命，吸着物質，気泡の混入，乾燥，凍結等が原因の場合には，元通りの性能は得られませんので，カラムの取扱いには十分な注意を払ってください．

12-1　カラムエンドフィッティングトラブル

試料を注入後に急激な流量の低下をみた場合，同一流量でカラム購入時より大きく圧損が増大した場合，次の処置や確認をおこなってください．

カラムを装置より取りはずし，出口側エンドフィッティングをポンプ側配管に接続し通常の流速で送液して，入口側エンドフィッティングにつまったものをカラム外に押し出してください．

12-2　分離能が急激に低下した場合

カラム系の理論段数を測定してください．段数が正常であれば試料に原因があると思われますので，新しく試料を作り直してください．もし理論段数が異常であれば，カラムの性能低下と考えられますので，以下の処置をおこなってください．

カラム系の分離能が急激に低下する原因としては，12-2-1～12-2-3項が考えられます．

12-2-1　エンドフィッティングにゴミ等がつまり，流路に乱れを生じる場合

12-1項を参考にして，エンドフィッティングの洗浄後，理論段数を測定してください．

12-2-2　カラム入口側のすき間

急激な加圧，最高流速以上の流速がかかった場合，4-6項の脈流対策に対し考慮しなかった場合，あるいは頻繁な溶媒交換をおこなった場合には，カラムの入口側にすき間が生じる場合があります．

この場合，理論段数が極端に低下し（各グレードで，購入時の段数の30%以下），かつ単分散試料のピークの形が大きくテーリングしたり，ピークが２つに割れたりしますので，カラム検査条件での測定をおこない正常なクロマトグラムが得られるか確認してください．ピーク割れ，ブローディング等の現象が観測された場合カラム劣化を示唆していますのでカラムの交換をおすすめします．

12-2-3　吸着物質が蓄積した場合

この場合は12-3項を参考にしてください．

12-3　使用中に試料が吸着して溶出しないか，または溶出がいちじるしく遅れる場合

長時間繰り返して測定しているうちに，溶出挙動がいちじるしく変化する場合がありますが，このような現象は,試料中の微量吸着成分が充てん剤表面に蓄積し表面状態が変化したために起こるものと考えられます．このような場合，性質の異なる溶媒で洗浄することにより分離能が回復することがあります．

下記に洗浄方法の例を示します．

12-3-1　洗浄方法

① 疎水性吸着物質の除去

高濃度の有機溶媒（70～100%アセトニトリル，メタノールなど）を添加した溶離液を用いる．

② 塩基性吸着物質の除去

酸性水溶液と有機溶媒（70～100%アセトニトリル，メタノールなど）の混合液を用いる．

13. 品質規格および保証

13-1　検査票（INSPECTION DATAおよびCERTIFICATE OF ANALYSIS）

カラムの検定条件，検定結果は，検査票記載のとおりです．このうち，理論段数はカラム当りの理論段数で，圧力は検定流速での圧力を表示してあります．また，充てん剤の各物性は以下の方法で実施しています．検査結果は検査票に記載のとおりです．

・粒子径　　：　コールターカウンター
・シリカ物性　：　水銀ポロシメーター
・C%　　：　元素分析計
・金属分析　　：　原子吸光光度計

13-2　品質規格

以下のカラム規格および充てん剤規格で出荷されております.

表3　品 質 規 格（カラム検査）

品番	品　　名	カラムサイズ 内径(mm)×長さ(cm)	理論段数 (TP/Column)	シンメトリー係数
18519	TSKgel ODS-80Ts QA	4.6×7.5	7,000	0.95～1.15
18520	〃	4.6×15.0	14,000	0.95～1.15
18521	〃	4.6×25.0	25,000	0.95～1.15
18768	〃	2.0×15.0	11,000	0.90～1.20
18769	〃	2.0×25.0	18,000	0.90～1.20

表4　品 質 規 格（充てん剤検査）

シリカゲル	粒子径 (μm)	dP_{90}/dP_{10}比	比表面積 (m^2/g)	平均細孔径 (nm)	細孔容積 (mL/g)
	4.95-5.35	1.55-1.70	410-440	9.0-10.0	0.96-1.04

ODSゲル	C%	炭素表面濃度 (μmol/m^2)	金属分析 (ppm)
	14.0-15.0	1.71-1.99	Na＜10　Al＜10　Fe＜10　Ti＜10

クロマトグラフィー	
k'(Naphthalene)	1.53-1.63
k'(Phenol)	9.25-9.85
α (Triphenylene/o-Terphenyl)	1.21-1.25
k'(Procainamide)	1.35-1.55
k'(Oxine copper)	1.13-1.35

測定条件は，検査票に記載されています．k'，αの計算法は，USP法に従っています.

13-3　保証

① 現品到着後，検査票並びにこの取扱説明書に記載の条件で，カラムの理論段数および非対称係数をチェックしてください．当社の責任で規格値を外れている場合には良品と交換いたします.

② 輸送中の事故などで，カラムに破損が認められる場合には良品と交換いたします.

③　上記，品質不良につきましては現品到着後，2 週間以内にご連絡ください．
　2 週間を過ぎた場合は良品としてお受取りいただいたものとみなします．
④　カラムの寿命については，保証の対象外といたします．
⑤　商品の仕様は，改良のため予告なく変更することがあります．

14. おわりに

本取扱説明書の内容に関して，ご不明な点あるいはご質問がありましたら，巻末の連絡先にご連絡ください．

以下の名称は東ソー株式会社の登録商標です.
HLC, TSK-GEL, TSKgel, TSKgel SuperMultipore,
BioAssist, Enantio, PStQuick,
エンバイロパック/Enviropak, トヨパール/TOYOPEARL, ToyoScreen,
TOYOPEARL GigaCap, トヨパールメガキャップ/TOYOPEARL MegaCap,
トヨパールパック/TOYOPEARLPAK, TOYOPAK

東ソー株式会社　バイオサイエンス事業部

東京本社　営業部　☎(03)5427-5180　〒105-8623　東京都港区芝3-8-2
大阪支店　バイオサイエンスG　☎(06)6209-1948　〒541-0043　大阪市中央区高麗橋4-4-9
名古屋支店　バイオサイエンスG　☎(052)211-5730　〒460-0003　名古屋市中区錦1-17-13
カスタマーサポートセンター　☎(0120)17-1200　〒252-1123　神奈川県綾瀬市早川2743-1

Printed in Japan